

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-318525

(43)Date of publication of application : 12.12.1997

(51)Int.Cl.

G01N 21/05

G01N 21/35

(21)Application number : 08-158852

(71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 29.05.1996

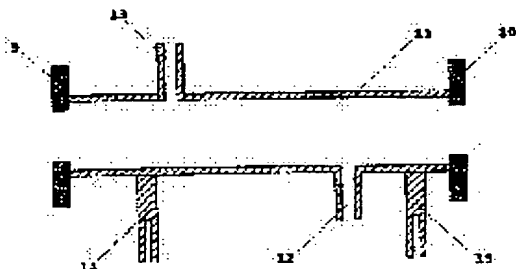
(72)Inventor : OKANO SHIGEO  
 OSHIMA MITSUYOSHI  
 AOKI IKUO  
 FUNAZAKI KAZUNORI

(54) CELL FOR MEASURING INFRARED ABSORPTION SPECTRUM FOR DETERMINING SILANOL IN CHLOROSILANE AND DETERMINING METHOD OF SILANOL IN CHLOROSILANE USING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To enable highly accurate and highly reliable measurement of a very small amount of silanol in chlorosilane by building a cell for measurement up with a height adjusting means and a cylinder body having a sample injection port and a sample outflow port on the upper and lower sides thereof, respectively.

SOLUTION: A sample is injected at a sample injection port 12 at a lower part of a cylinder body 11 and is made to flow out at a sample outflow port 13 on the top part of the cylinder body 11. Firstly, more than two silanol reference samples different in concentration are prepared under an environment full of an inert gas and separately injected into a cell to measure infrared absorption spectrums of the silanol in the reference samples and a calibration curve is generated for comparison with a measuring sample from the intensity of the infrared absorption spectrums obtained. Then, the infrared spectrum of the silanol in chlorosilane of the measuring sample is measured in the same sequence as that mentioned above and the intensity of the infrared absorption spectrum obtained is compared with the calibration curve to calculate the value of the silanol in the measuring sample.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-318525

(43) 公開日 平成9年(1997)12月12日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 1 N 21/05 21/35			G 0 1 N 21/05 21/35	Z

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平8-158852

(22) 出願日 平成8年(1996)5月29日

(71) 出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72) 発明者 岡野 重雄

新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の

1 信越化学工業株式会社合成技術研究所  
内

(72) 発明者 大島 光芳

新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の

1 信越化学工業株式会社合成技術研究所  
内

(74) 代理人 弁理士 滝田 清暉

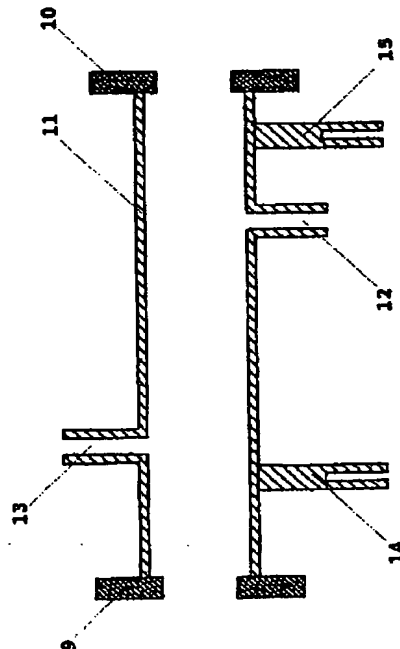
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 クロロシラン中のシラノールを定量するための赤外吸収スペクトル測定用セル及びそのセルを用いたクロロシラン中のシラノールの定量方法

(57) 【要約】

【課題】 高純度クロロシラン中の微量シラノールを定量する赤外吸収スペクトル測定用セル及びそのセルを用いた測定方法を提供すること。

【解決手段】 高さ調節手段(14)及び(15)、並びに、上下両側にそれぞれ試料注入口(12)及び試料流出口(13)とが設けられていると共に、全長が50～150mmで、両端にフランジ(9)及び(10)を有する筒体(11)であることを特徴とする、クロロシラン中のシラノールを定量するための赤外吸収スペクトル測定用セル及びその定量方法。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 高さ調節手段(14)及び(15)、並びに、上下両側にそれぞれ試料注入口(12)及び試料流出口(13)とが設けられていると共に、全長が50～150mmで、両端にフランジ(9)及び(10)を有する筒体(11)であることを特徴とする、クロロシラン中のシラノールを定量するための赤外吸収スペクトル測定用セル。

【請求項2】 不活性ガスが充填された環境下で、請求項1に記載されたセル中に、試料のクロロシランを流して前記セル中に試料のクロロシランを充填させた後赤外吸収スペクトルを測定し、同様に測定した標準試料のクロロシランの赤外吸収スペクトルと比較することを特徴とする、クロロシラン中のシラノールの定量方法。

【請求項3】 不活性ガスが水分量0.5ppm以下の不活性ガスである、請求項2に記載されたクロロシラン中のシラノールの定量方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は赤外吸収スペクトル測定用セルに関し、特に高純度クロロシラン中の微量シラノールの定量に適したセル、及びそれを用いた赤外吸収スペクトル分析によるクロロシラン中のシラノールの定量方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、高純度クロロシラン中の微量シラノールを測定しようとしても、検出器の感度不足により検出が不能であったり、また測定中に、水分により試料中のクロロシランが容易にシラノールに変化するため、正確に、前記シラノールを定量することは不可能であった。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明者等は、水分の影響を受けることなく、クロロシラン中のシラノールを定量することについて鋭意検討した結果、不活性ガスを充填した環境下に設置した光路長の長いセル中に、試料のクロロシランを充填した場合には、十分に精度の高い、シラノールの赤外吸収スペクトル分析が可能となることを見出し、本発明に到達した。

【0004】従って、本発明の第1の目的は赤外分光法によって高純度クロロシラン中の微量シラノールを定量するための、赤外吸収スペクトル測定用セルを提供することにある。本発明の第2の目的は、赤外分光法によって、高純度クロロシラン中の微量シラノールを定量する方法を提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明の上記の諸目的は、高さ調節手段(14)及び(15)、並びに、上下両側にそれぞれ試料注入口(12)及び試料流出口(13)とが設けられていると共に、全長が50～150mm

mmで、両端にフランジ(9)及び(10)を有する筒体(11)であることを特徴とする、クロロシラン中のシラノールを定量するための赤外吸収スペクトル測定用セル及びそれを用いたクロロシラン中のシラノールの定量方法によって達成された。本発明のセルの材質はクロロシラン及びシラノールと非反応性であれば良く、特に制限されることはないが、通常はステンレスが用いられる。

【0006】以下、本発明の赤外吸収スペクトル測定用セルを図面によって、更に詳述するが、本発明はこれによって限定されるものではない。図1は、本発明のセルの縦断面図を示したものである。図中符号11はセルを構成する筒体、9及び10はフランジ、12は試料注入口、13は試料流出口であり、14及び15は高さ調節手段である。

【0007】筒体11の断面形状は特に制限されないが、通常は円筒又は直方体形状である。高さ調節手段は公知の手段を適宜用いることができるが、通常は微調節し易いネジを用いる。即ち、高さ調節手段を、内面にネジ切りが施された支持脚とし、これに螺合するネジを用いて高さの微調整を行う。筒体、フランジ、試料注入口、試料流出口、高さ調節手段等は、それぞれ同一素材を用いて一体的に形成させることができる他、異なった素材を接着等の手段を用いて結合させることもできる。

【0008】図2は、本発明のセルを赤外分光器に取り付けた場合の使用状態を表わす概念図である。図中、符号1と2は枠板、3と4はテフロンシート、5と6は窓板、7と8はOリング、9と10はフランジ、11は筒体、12は試料注入口、13は試料流出口、14と15は高さ調節手段、16と17は高さ調節ネジ、18は固定ナット、19は固定ボルトである。

【0009】フランジは筒体11の断面外側にあれば足りるが、図のように、内側にまで、設けられていても差し支えない。また、本実施例では、フランジにボルト19を通す穴が設けられている。フランジ9と枠板1、及びフランジ10と枠板2の上下それぞれ4組が、計8組のボルト18とナット19で固定されるが、隣接するボルトナットと窓中心によって形成される中心角を120°にとれば、それぞれ3組とすることもできる。

【0010】枠板1とフランジ9、枠板2とフランジ10の間に窓板5と6を挟むことによってセルを密封するが、気密性を保持するために、それらの間に、図2に示したようにそれぞれテフロンシート3と4、及び、Oリング7と8を介在させることが必要である。本発明においては、窓板(5、6)としてフッ化カルシウム製のものを使用すること、及び、Oリング(7、8)としてバイトンをテフロンでコーティングしたものを使用することが好ましい。

【0011】本発明のセルは、試料充填の際に気泡が混入するのを防ぐために、試料を筒体11の下部にある試

料注入口12から注入し、筒体11の頂部にある試料流出口13から流出させるように設計されている。実際の測定に際しては、試料を十分に流し、筒体内を試料で完全に置換することが必要である。

【0012】本発明の測定方法においては、まず不活性ガスを充填した環境下で濃度の異なるシラノール標準試料を3つ以上調製し、それぞれを本発明のセルに注入して標準試料中のシラノールの赤外吸収スペクトルを測定し、得られた赤外吸収スペクトルの強度から、測定試料と比較するための検量線を作成する。次いで、上記の手順と全く同様にして測定試料のクロロシラン中のシラノールの赤外吸収スペクトルを測定し、得られた赤外吸収スペクトルの強度を前記検量線と比較して、測定試料中のシラノールの値を算出する。

【0013】本発明で使用する不活性ガスは、標準試料の調製及び測定試料のセルへの注入に必須であるために、高純度のものとするのが好ましく、特に、窒素を使用することが好ましい。また、本発明においては、水分による影響を防止する観点から、グローブボックスなどの、水分量が0.5ppm以下の不活性ガスが充填した環境下で、標準試料の調製並びに測定試料のセルへの注入を行うことが好ましい。尚、測定に際するセルへの試料の注入時には、セル内部に水分量が0.5ppm以下の不活性ガスを十分に流し、次いで、前記した如く、セル内部を試料で満たした後も、セル内部を洗浄するためにしばらく試料を流し続けることが好ましい。

【0014】

【発明の実施の形態】本発明の赤外吸収スペクトル用セルは、高さ調節手段、試料注入口、試料流出口、及びフランジを有する全長が50～150mmの筒体であるので、クロロシランの純度を变化させることなく赤外吸収スペクトルを測定することができる。また、試料を通過する光路長が十分長いので感度を良好とすることができ、精度の高い赤外分光分析を実施することができる。

【0015】

【実施例】次に、本発明のセルを用いた測定方法の実施例を示す。

実施例1. 水分量が0.5ppm以下の窒素ガスを充填した環境下で、0ppm、0.5ppm、1.0ppmの濃度の各トリメチルシラノール標準試料を調製し、これらを図1に示したセル（光路長100nm）の試料注入口12から、セルを満たすまで注入した。尚、試料注入に際しては、予め窒素ガスで洗浄した。次いで3つの標準試料についてそれぞれ赤外吸収スペクトルを測定し、得られたヒドロキシル基の吸光度をもとに検量線を

作成したところ、直線性のある検量線が得られた。

【0016】次いで、水分量が0.5ppm以下の窒素ガスを充填した環境下で、窒素ガスで洗浄した図1に示したセルの試料注入口12から、テトラクロロシランを注入した。上記標準試料の赤外吸収スペクトルの測定と全く同様にして赤外吸収スペクトルを測定した。得られた赤外吸収スペクトルから、テトラクロロシラン中のシラノールの濃度が0.09ppmであると算出された。さらに、別の高純度テトラクロロシランを用いて全く同様にして測定を行って得られたシラノールの濃度は0.08ppmであると算出された。尚、繰り返し測定によって、これらの測定結果の再現性が良好であることが確認された。

【0017】

【発明の効果】本発明の赤外吸収スペクトル測定用セルは光路長が十分に長いので、従来感度不足で測定することのできなかったクロロシラン中の微量なシラノールの測定を精度良く行うことができる。本発明では、水分の影響を防ぐために標準試料の調製及び測定試料のセルへの注入を不活性ガス中で行うので、信頼性も十分である。

【図面の簡単な説明】

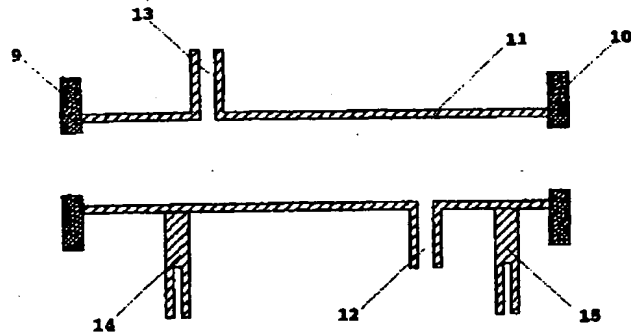
【図1】本発明のセルの縦断面図

【図2】本発明のセルの使用状態図

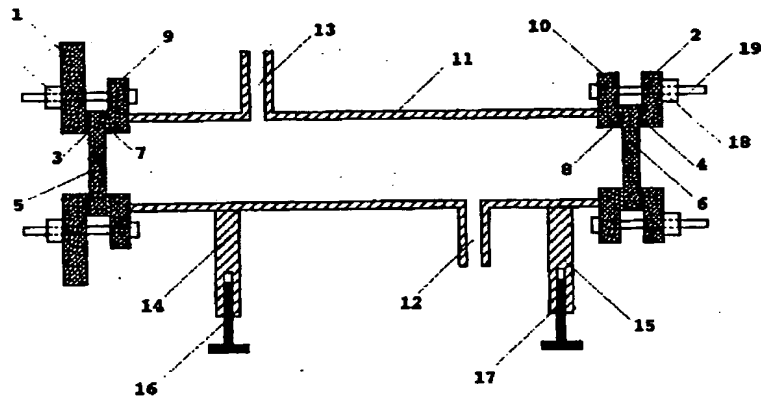
【符号の説明】

- 1 梓板
- 2 梓板
- 3 テフロンシート
- 4 テフロンシート
- 5 窓板
- 6 窓板
- 7 o-リング
- 8 o-リング
- 9 フランジ
- 10 フランジ
- 11 筒体
- 12 試料注入口
- 13 試料流出口
- 14 支持脚
- 15 支持脚
- 16 高さ調節ネジ
- 17 高さ調節ネジ
- 18 ボルト
- 19 ナット

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 青木 郁夫

新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の

1 信越化学工業株式会社合成技術研究所  
内

(72)発明者 船崎 和則

新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の

1 信越化学工業株式会社合成技術研究所  
内